

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-244401

(43)Date of publication of application : 02.09.2004

(51)Int.Cl.	C07C303/02 C07C309/82
-------------	--------------------------

(21)Application number : 2003-063065

(71)Applicant : DAIKIN IND LTD

(22)Date of filing : 10.03.2003

(72)Inventor : ICHIHARA KAZUYOSHI
OTSUKA TATSUYA
SUGIYAMA AKIHIRA
MANTANI AKIYA

(30)Priority

Priority number : 2002368472 Priority date : 19.12.2002 Priority country : JP

(54) METHOD FOR PRODUCING FLUORINE-CONTAINING FLUOROSULFONYLALKYL VINYL ETHER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a fluorine-containing fluorosulfonylalkyl vinyl ether in an industrially advantageous way at a low cost, simply and in a good yield.

SOLUTION: This method for producing the fluorine-containing fluorosulfonylalkyl vinyl ether expressed by the formula: $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ [wherein, (n) is 0 or 1] is characterized by using water as a solvent, performing the reaction of a fluorine-containing chlorosulfonylalkyl vinyl ether expressed by the formula: $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ [wherein, (n) is the same as above] with a fluorinating agent expressed by the formula: $\text{MF}(\text{HF})_m$ [wherein, M is an alkali metal: and (m) is 0-5].

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.12.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-244401

(P2004-244401A)

(43) 公開日 平成16年9月2日(2004.9.2)

(51) Int.Cl.⁷

C07C 303/02

C07C 309/82

F 1

C07C 303/02

C07C 309/82

テーマコード(参考)

4H006

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2003-63065 (P2003-63065)	(71) 出願人	000002853
(22) 出願日	平成15年3月10日 (2003.3.10)		ダイキン工業株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2002-368472 (P2002-368472)		大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号
(32) 優先日	平成14年12月19日 (2002.12.19)		梅田センタービル
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100065215
			弁理士 三枝 英二
		(74) 代理人	100076510
			弁理士 掛樋 悠路
		(74) 代理人	100086427
			弁理士 小原 健志
		(74) 代理人	100099988
			弁理士 斎藤 健治
		(74) 代理人	100105821
			弁理士 藤井 淳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを工業的に有利な方法で、安価に、しかも簡便に収率良く製造できる方法を提供する。

【解決手段】 水を溶媒として用い、化学式： $\text{CF}_2 = \text{CF} \text{O} (\text{CF}_2 \text{CF} (\text{CF}_3) \text{O})_n \text{CF}_2 \text{CF}_2 \text{SO}_2 \text{Cl}$ (式中、 n は0又は1である) で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルを、化学式： $\text{MF} \cdot (\text{HF})_m$ (式中、 M はアルカリ金属であり、 m は0～5である) で表されるフッ素化剤と反応させることを特徴とする、化学式： $\text{CF}_2 = \text{CF} \text{O} (\text{CF}_2 \text{CF} (\text{CF}_3) \text{O})_n \text{CF}_2 \text{CF}_2 \text{SO}_2 \text{F}$ (式中、 n は上記に同じ) で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

水を溶媒として用い、化学式： $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は0又は1である）で表される含フッ素クロスルホニルアルキルビニルエーテルを、化学式： $\text{MF} \cdot (\text{HF})_m$ （式中、 M は、アルカリ金属であり、 m は0～5である。）で表されるフッ素化剤と反応させることを特徴とする、化学式： $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ （式中、 n は上記に同じ）で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法。

【請求項 2】

フッ素化剤が、上記化学式： $\text{MF} \cdot (\text{HF})_m$ において、 M が K の化合物及び M が Na の化合物からなる群から選ばれた少なくとも一種である請求項1に記載の製造方法。

10

【請求項 3】

請求項1又は2の方法によって含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを製造した後、得られた水溶液層から化学式： $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{M}$ （式中、 n は0又は1であり、 M はアルカリ金属である）で表されるスルホン酸塩を回収し、これを塩素化して化学式： $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は上記に同じ）で表される含フッ素クロスルホニルアルキルビニルエーテルに変換し、原料として再利用する工程を含む、請求項1又は2に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

20

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

化学式： $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ （式中、 n は0又は1である）で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルは、イオン交換膜材料などの工業原料として有用な化合物である。

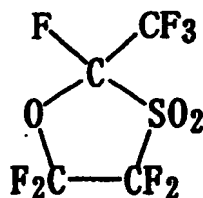
【0003】

該含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテル等のスルホニルビニルエーテルの製造方法としては、例えば、ヘキサフルオロプロピレンオキシドを $\text{FCOCF}_2\text{SO}_2\text{F}$ に付加させた後、得られた酸フロリド誘導体を熱分解する方法が知られている（下記特許文献1参照）。しかしながら、この方法では、ヘキサフルオロプロピレンオキシドを2分子以上付加したものからは、 $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ で表されるスルホニルビニルエーテルを得ることは可能であるが、ヘキサフルオロプロピレンオキシドを1分子付加したものからは、下記式

30

【0004】

【化1】



40

【0005】

で表される環化体が主生成物として生じ、化学式 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルをほとんど得ることができない。

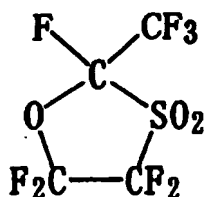
【0006】

50

また、 $\text{FCOCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ を原料として用い、その環化体

【0007】

【化2】



10

【0008】

を形成した後、 CH_3ONa を用いて開環させて $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{Na}$ とし、その後、末端の SO_3Na 基を塩素化して $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ とし、更に、フッ素化して SO_2F 基に変換する方法も知られている（下記特許文献2参照）。ここに記載されているフッ素化工程は、溶媒としてスルホランを用い、フッ素化剤として NaF を用いる方法であるが、溶媒として高融点、高沸点を有するスルホランを用いるため、反応中に分解して生じた $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{Na}$ などの有効成分や、未反応原料の NaF 、副生成物である NaCl との分離が困難であり、スルホランと固体の有効成分を回収する工程が非常に複雑となる。このため、この方法は、工業的実施は困難であり、産業廃棄物が多量に生じるという問題もある。

20

【0009】

その他に、含フッ素スルホン酸クロリドのフッ素化方法としては、パーフルオロアルキル基を有する化合物である $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{Cl}$ を原料とする場合には、 KF を用いてフッ素化することにより $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{F}$ が得られることが報告されている（下記非特許文献1参照）。この方法では、高収率でフッ素化物を得るためには、スルホラン、ホルムアミドなどを溶媒として用いることが必要であり、単純な反応系が期待できる水を溶媒とした場合には、 100°C でフッ素化しても、 $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{SO}_2\text{F}$ の収率は25%程度に過ぎず、工業的実施化には不適切である。

【0010】

【特許文献1】

英国特許1,034,197号

【0011】

【特許文献2】

米国特許第3,560,568号

【0012】

【非特許文献1】

S. Benefice-Malouet, H. Blancou, R. Teissedre and A. Commeyras, J. Fluorine Chem. 31 (1986) 319-332

【0013】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記した現状に鑑みてなされたものであり、その主な目的は、含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを、工業的に有利な方法で安価に、しかも簡便に収率良く製造できる方法を提供することである。

【0014】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記した問題点に鑑みて鋭意研究を重ねてきた。その結果、興味深いことに、 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は0又は1である）で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルを出発原料とする場合には、水を溶媒としてフッ素化剤と反応させることにより、含フッ素フルオロ

40

50

スルホニルアルキルビニルエーテルを高収率で得ることができ、簡便な製造方法によって、低コストでしかも収率良く含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを製造することが可能となることを見出し、ここに本発明を完成するに至った。

【0015】

即ち、本発明は、下記の含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法を提供するものである。

1. 水を溶媒として用い、化学式： $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は0又は1である）で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルを、化学式： $\text{MF} \cdot (\text{HF})_m$ （式中、 M は、アルカリ金属であり、 m は0～5である。）で表されるフッ素化剤と反応させることを特徴とする、化学式： $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ （式中、 n は上記に同じ）で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法。

2. フッ素化剤が、上記化学式： $\text{MF} \cdot (\text{HF})_m$ において、 M が K の化合物及び M が Na の化合物からなる群から選ばれた少なくとも一種である上記項1に記載の製造方法。

3. 上記項1又は2の方法によって含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを製造した後、得られた水溶液層から化学式： $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{M}$ （式中、 n は0又は1であり、 M はアルカリ金属である）で表されるスルホン酸塩を回収し、これを塩素化して化学式： $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は上記に同じ）で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルに変換し、原料として再利用する工程を含む、上記項1又は2に記載の製造方法。

【0016】

【発明の実施の形態】

本発明の含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルの製造方法は、公知物質である $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は0又は1である）で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルを原料として用い、これを水溶媒中でフッ素化剤と反応させて、 $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ （式中、 n は上記に同じ）で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルとする方法である。

【0017】

原料として用いる化学式： $\text{CF}_2=\text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ （式中、 n は上記に同じ）で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルの中で $n=0$ の化合物は、例えば米国特許第3,560,568号公報に記載の方法により、公知物質の $\text{FCOClCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ を原料として用い、その環化体を形成した後、 CH_3ONa を用いて開環させて $\text{CF}_2=\text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{Na}$ とし、その後、末端の SO_3Na 基を塩素化することによって得ることができる。この方法で得られる含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルは、単離、精製したものを使用してもよく、或いは、上記反応で発生させた粗反応混合物をそのまま使用してもよい。

【0018】

本発明方法では、溶媒として水を用いることが必要である。水を溶媒として用いて、上記した含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルをフッ素化剤と反応させることによって、高い転化率で、選択性良く目的とする含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを得ることができる。

【0019】

水の使用量については、特に限定的ではなく、フッ素化剤を均一に溶解乃至分散できる量であればよい。通常、含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテル100重量部に対して、10～500重量部程度とすればよい。

【0020】

フッ素化剤としては、化学式： $\text{MF} \cdot (\text{HF})_m$ （式中、 M は、アルカリ金属であり、 m

10

20

30

40

50

は0～5である。)で表される化合物を用いることができる。フッ素化剤としては、上記化学式において、MがKの化合物又はMがNaの化合物であるアルカリ金属フッ化物、酸性フッ化アルカリ金属等が好ましい。フッ素化剤は一種単独又は二種以上混合して用いることができる。

【0021】

フッ素化剤の使用量は、通常、含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテル1モルに対して0.5～10モル程度とすれば良く、1～5モル程度とすることが好ましい。

【0022】

本発明の製造方法では、更に、必要に応じて、その他の添加剤を加えることができる。このような添加剤としては、反応に関与しない水溶性の有機溶媒、例えば、スルホラン、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド等や相関移動触媒、例えば、 $C_6H_5CH_2N(CH_3)_3 \cdot Cl$ のような四級アンモニウム塩、四級ホスホニウム塩等、包接分子、例えば、18-クラウン-6のような環状エーテル等、を用いることができる。これらの添加剤を加えることによって、反応速度を向上させることが可能である。

【0023】

添加剤の使用量は、水性有機溶媒については、原料とする含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテル100重量部に対して、1～50重量部程度とすることが好ましい。

【0024】

また、相関移動触媒については、原料とする含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテル100重量部に対して、0.1～10重量部程度とすることが好ましい。

【0025】

本発明の製造方法では、水溶媒中で上記した原料とフッ素化剤を反応させれば良い。反応条件の一例としては、反応温度10～200℃程度、好ましくは15～100℃程度とすればよい。反応圧力については、減圧、大気圧、加圧のいずれでもよいが、大気圧とすることが好ましい。反応時間は、通常、0.5～24時間程度である。

【0026】

以上の方法によって、化学式： $CF_2 = CFO(CF_2CF(CF_3)O)_nCF_2CF_2SO_2F$ (式中、nは上記に同じ)で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルを得ることができる。

【0027】

得られた粗化合物は、二層に分液する。下層は、上記化学式で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルとなり、蒸留、カラムクロマトグラフィーなどの公知の方法で精製できる。

【0028】

この様にして得られる含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルは、燃料電池電解質ポリマー用のモノマー成分等として有用な物質である。

【0029】

また、本発明方法によって得られる二層に分液した溶液の中で、上層は、上記化学式で表される含フッ素フルオロスルホニルアルキルビニルエーテルが加水分解されて得られるスルホン酸塩($CF_2 = CFO(CF_2CF(CF_3)O)_nCF_2CF_2SO_3M$ (式中、nは0又は1であり、Mはアルカリ金属である))やMF、MClなどを含む水溶液となる。この様な上層溶液から該スルホン酸塩と、 H_2O 、MF及びMClとを分離し、得られたスルホン酸塩を公知の方法で塩素化することによって、本発明方法の原料である化学式： $CF_2 = CFO(CF_2CF(CF_3)O)_nCF_2CF_2SO_2Cl$ (式中、nは上記に同じ)で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルとして再利用することができる。

【0030】

上層からスルホン酸塩($CF_2 = CFO(CF_2CF(CF_3)O)_nCF_2CF_2SO_3M$)を分離する方法としては、公知の方法を適宜適用すれば良く、例えば、上層溶液中に存在する固体をろ過する方法、上層溶液を限外ろ過する方法や、上層溶液を乾固後、有

10

20

30

40

50

機溶媒に溶解させ該スルホン酸塩を抽出する方法などを採用できる。

【0031】

該スルホン酸塩 ($\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{M}$) を塩素化する方法としては、例えば、塩素化剤として PCl_5 を用いる方法などを挙げることができる。

【0032】

この方法の一例を記載すると、塩素化剤である PCl_5 の仕込量は、原料であるスルホン酸塩 ($\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{M}$) に対して、1～10倍モル程度とすることができる。反応圧力は大気圧、減圧、加圧のいずれでもよい。反応温度は0～200℃程度が好ましく、反応を加速させるために、反応の進行とともに徐々に加熱していてもよい。生成した $\text{CF}_2 = \text{CFO}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ (式中、 n は上記に同じ) で表される含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルの分離方法は、反応をさせながら該含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルを含む溜出物を蒸留しながら抜出す方法が好ましいが、反応終了後に生成した含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテルを公知の方法、例えば蒸留、抽出、ろ過などで分離する方法でもよい。

【0033】

また、前述した米国特許第3,560,568号公報に記載の方法によって得られる含フッ素クロロスルホニルアルキルビニルエーテル ($\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$) を本発明方法の原料とする場合には、該米国特許に記載された製造方法の途中工程において、開環体から得られる $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{Na}$ 、 NaF などを含む混合物中に、上記したスルホン酸塩 ($\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{M}$) を含む上層溶液を精製することなくそのまま添加し、その後、該米国特許の方法に従って、塩素化反応を行っても良い。この様な再利用方法は、本発明方法によって得られる上層溶液を精製することなく、そのまま再利用することが可能となる点で有利である。

【0034】

【発明の効果】

本発明方法によれば、取り扱いの容易な水を溶媒として用いて、煩雑な操作を要することなく工業的に有利な方法により、目的とする含フッ素フルオロスルホニルエーテルを高収率で製造することができる。

【0035】

また、本発明方法は、得られる生成物の中で、有用な副反応生成物を容易に再利用できる点においても、非常に工業的に有利な方法である。

【0036】

【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明する。

【0037】

実施例1

25mlの3つ口フラスコに攪拌子、温度計差込管、蛇管式冷却管を取り付け、水5.0g、 KF 4.2g、及び $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ 10.5gを仕込んだ。攪拌しながら反応器を加熱し、95℃で還流させた。反応中に白色固体が発生した。2時間反応させると還流温度は81℃へ変化した。反応後、水を加え白色固体を溶解させ、二層からなる反応溶液を得た。生成物を二層に液液分離し、得られた有機層をガスクロマトグラフィー内部標準法で定量したところ、 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{Cl}$ 転化率79%、選択率92%で $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ が生成していることがわかった。

【0038】

また、得られた水層を ^{19}F NMR内部標準法で定量したところ、 KF 、 KCl の他に $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{K}$ が選択率3%で、 $\text{CF}_3\text{CHFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_3\text{K}$ が選択率2%で得られたことが確認できた。 $\text{CF}_2 = \text{CFOCF}_2\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}$ の

分析結果を以下に示す。

^{19}F NMR (CCl_4 , CFCl_3) δ 45.36 ($-\text{SO}_2\text{F}$), -
84.04 ($-\text{OCF}_2-$), -112.38 ($-\text{CF}_2\text{SO}_2\text{F}-$), -12
0.61 ($\text{CF}^1\text{F}^2=\text{CF}-$), -135.49 ($\text{CF}^1\text{F}^2=\text{CF}-$), -
135.49 ($\text{CF}^1\text{F}^2=\text{CF}-$)

参考例 1

5 リットルの 4 つ口フラスコに攪拌機、温度計差込み管、5 段オールダショーを介して接
続された蒸留装置を取りつけ、スルホラン 1.86 kg、NaF 1.33 kg、及び C
F₂=CFOCF₂CF₂SO₂Cl 3.26 kg を仕込んだ。攪拌しながら反応器を
加熱し、内温 87℃、蒸留装置頭頂部温度 76℃ から溜出物を取り始め、頭頂部温度 85
℃ までの溜出物を集めた。得られた無色透明液体の溜出物は純度 96.2% の CF₂=C
FOCF₂CF₂SO₂F で収量は 2.8 kg (収率 88%) であった。

フロントページの続き

(74)代理人 100099911

弁理士 関 仁士

(74)代理人 100108084

弁理士 中野 睦子

(72)発明者 市原 一義

大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内

(72)発明者 大塚 達也

大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内

(72)発明者 杉山 明平

大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内

(72)発明者 萬谷 聡哉

大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社淀川製作所内

F ターム(参考) 4H006 AA02 AC61 BB31 BD34 BD51 BE61